

? S PN=SU 1364620
S4 1 PN=SU 1364620
? T 4/3,AB/1

4/3,AB/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI
(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

007577754
WPI Acc No: 1988-211686/*198830*

XRAM Acc No: C88-094674

Prodn. of aminoethyl aziridine - by treatment of
bis(beta-N-ethyleneimino-ethyl oxamide with aq. alkali soln.

Patent Assignee: AS CHEM PHYS INST (ASCH-R)

Inventor: KOSTYANOVS R G; LESHCHINSK V P

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
SU 1364620	A	19880107	SU 4063057	A	19860429	198830 B

Priority Applications (No Type Date): SU 4063057 A 19860429

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
SU 1364620	A		2		

Abstract (Basic): SU 1364620 A

1-(2-aminoethyl)aziridine (I) is obtd. by treatment of bis(beta-N-ethyleneimino-5 ethyl) oxamide with aq. alkali (KOH) soln. at molar ratio 1:4-6 and at 90-100 deg. C.

Tests show that the proposed method yields up to 100% of (I).

USE/ADVANTAGE - (I) is used as virus inactivating agent. Proposed method ensures high yield, using readily available starting materials.

Bul.1/7.1.88.

0/0

THIS PAGE BLANK (USPTO)



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1364620 A1

ISD 4 C 07 D 203/02, 203/08

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4063057/31-04
(22) 29.04.86
(46) 07.01.88. Бюл. № 1
(71) Институт химической физики АН
СССР
(72) Р.Г. Костяновский и В.П. Лещинс-
кая
(53) 547.717.07(088.8)
(56) Патент ФРГ № 858846, кл. 12 p 5,
1952.

Авторское свидетельство СССР
№ 1177297, кл. С 07 D 203/02, 1985.
Авторское свидетельство СССР
№ 1266847, кл. С 07 D 203/02, 1986.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1-(2-АМИНОЭТИЛ)
АЗИРИДИНА

(57) Изобретение касается замещенных
азиридина, в частности получения 1-
(2-аминоэтил)азиридина, используе-
мого в качестве инактиватора вирусов.
Для повышения выхода целевого продук-
та и упрощения процесса бис-(β -N-
этиламиноэтил)оксамид обрабатывают
водным раствором KOH при молярном
соотношении 1:4-6 и температуре 90-
100°C. Способ обеспечивает почти
100%-ный выход целевого продукта из
доступных исходных веществ.

(19) SU (11) 1364620 A1

BEST AVAILABLE COPY

Изобретение относится к способу получения 1-(2-аминоэтил)азиридина, который находит применение в качестве инактиватора вирусов.

Цель изобретения - повышение выхода и упрощение процесса получения 1-(2-аминоэтил)азиридина за счет взаимодействия бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамида с водным раствором щелочи.

Пример 1. К раствору 8,7 г (0,155 М) KOH в 25 мл дистиллированной воды при интенсивном перемешивании небольшими порциями добавляют 5,8 г (0,026 М) бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамида. Смесь нагревают 1 ч на кипящей водяной бане, после охлаждения до 20°C насыщают твердым KOH, органический слой отделяют, сушат над твердым KOH и перегоняют. Получают 3,5 г (78,7%) 1-(2-аминоэтил)азиридина, т.кип. 126-127°C.

Спектр ПМР (400 МГц, $CDCl_3$, от TMC): 1,15 и 1,73 (м., CH_2 -цикл); 2,28 (т., $CH_2NCH_2CH_2$, $J = 5,9$); 2,87 (т., CH_2NH_2 , $J = 5,9$).

Спектр ЯМР ^{13}C (100 МГц, $CDCl_3$, от TMC): 26,30 (CH_2 -цикл, $J = 165,4$ и 173,3, $J = 2,7$); 41,42 (CH_2NH_2 , $J = 134,4$, $J = 3,1$); 63,95 ($CH_2NCH_2CH_2$, $J' = 133,7$, $J = 3,7$).

Спектр ПМР (80 МГц, D_2O , от TMC): 1,21 и 1,61 (м., CH_2 -цикл); 2,20 (т., $CH_2NCH_2CH_2$, $J = 6,00$); 2,65 (т., CH_2NH_2).

Пример 2. К раствору 1,68 г ($3 \cdot 10^{-2}$ М) KOH в 10 мл дистиллированной воды при перемешивании и охлаждении добавляют 1,13 г (5,0·10⁻³ М) бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамида. Смесь нагревают на кипящей водяной бане 45 мин. Получен 8,6%-ный раствор 1-(2-аминоэтил)азиридина в воде (выход 100% от теор.). Полноту гидролиза оптимизируют следующим образом. Раствор 0,169 г (3 ммоль) KOH и 0,113 г (0,50 ммоль) бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамида в 1 мл D_2O нагревают на кипящей водяной бане и через каждые 10 мин снимают спектр ПМР (80 МГц, от TMC). Степень превращения определяют по соотношению интенсивности сигналов при 2,65 м.д. (CH_2NH_2 -группа 1-(2-аминоэтил)азиридина) и при 3,35 м.д. (CH_2NH -группа бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамида) по следующей формуле:

$$C = \frac{C'}{C' + C^2} \cdot 100\%,$$

где C' - интенсивность сигнала при 3,35 м.д. (CH_2NH -группа бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамида);

C^2 - интенсивность сигнала при 2,65 м.д. (CH_2NH_2 -группа 1-(2-аминоэтил)азиридина).

Обработкой полученных значений методом наименьших квадратов находят логарифмическую зависимость скорости превращения от времени, откуда получают величины константы скорости $K = 1,37 \cdot 10^{-3}$ с⁻¹, времени полупревращения $t_{0,5} = 0,14$ ч и 99%-ного превращения $t_{99} = 45$ мин.

Пример 3. К раствору 0,84 г (1,5 ммоль) KOH в 10 мл дистиллированной воды при охлаждении и перемешивании добавляют 0,565 г (0,25 ммоль) бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамида. Смесь нагревают на кипящей водяной бане 55 мин. Полноту гидролиза оптимизируют аналогично примеру 2. $K = 1,89 \cdot 10^{-3}$ с⁻¹, $t_{0,5} = 9,71$ мин, $t_{99} = 53$ мин. Получен 4,3%-ный раствор 1-(2-аминоэтил)азиридина в воде (выход 100% от теор.).

Пример 4. Аналогично примеру 2 при молярном соотношении бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамида и щелочи 1:4. Выход 1-(2-аминоэтил)азиридина в растворе 100%.

Пример 5. Аналогично примеру 3 при молярном соотношении бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамида и щелочи 1:4. Выход 1-(2-аминоэтил)азиридина в растворе 100%.

Применение щелочи в молярной концентрации, превышающей указанный в примерах интервал, не влияет на время проведения реакции и выход целевого продукта; при концентрации щелочи ниже указанной в интервале время реакции увеличивается.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет получать из доступного бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамида с количественным выходом 1-(2-аминоэтил)азиридин.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я
Способ получения 1-(2-аминоэтил)азиридина, отличающийся тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта и упрощения процесса, бис-(β -N-этилениминоэтил)оксамид обрабатывают водным раствором гидроксида калия при молярном соотношении 1:4-6 и температуре 90-100°C.

1364620

Редактор Н. Бобкова

Составитель И. Бочарова
Техред М.Дидык

Корректор А. Зимокосов

Заказ 6534/19

Тираж 370

Подписано

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4

BEST AVAILABLE COPY

1
THIS PAGE BLANK (USPTO)

BEST AVAILABLE COPY